

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-194916
(43)Date of publication of application : 04.08.1989

(51)Int.Cl.
B01D 39/20
C04B 38/00
F01N 3/02

(21)Application number : 63-014651 (71)Applicant : IBIDEN CO LTD
(22)Date of filing : 27.01.1988 (72)Inventor : TSUKADA KYOTAKA

(54) PRODUCTION OF SILICON CARBIDE HONEYCOMB FILTER

(57)Abstract:

PURPOSE: To enhance collection efficiency of fine particles by sealing the end part of prescribed through-hole of a molded honeycomb form consisting of silicon carbide powder having specified particle diameter with a specified stopping material and thereafter sintering it under the nonoxidative atmosphere.

CONSTITUTION: A molded honeycomb form is molded of a starting raw material consisting of silicon carbide powder having 1W200, μ m mean particle diameter as a main body. The end part of a prescribed through-hole of this molded honeycomb form is sealed with a stopping material consisting of a starting raw material which is constituted of silicon carbide powder having mean particle diameter not larger than 5, μ m and incorporating at least 30wt.% particle of particle diameter not larger than 1, μ m as a main body. Then a silicon carbide-base honeycomb filter is produced by sintering the sealed molded honeycomb form in the nonoxidative atmosphere. This filter has excellent airtightness and does not allow an effluent such as discharge gas nonpermeative through a partition to flow outside and the collection efficiency of fine particles is extremely enhanced.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

引用例 ③

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A) 平1-194916

⑬ Int. Cl.

B 01 D 39/20
C 04 B 38/00
F 01 N 3/02

識別記号

303

府内整理番号

D-6703-4D
Z-8618-4C

⑭ 公開 平成1年(1989)8月4日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法

⑯ 特願 昭69-14651

⑰ 出願 昭69(1988)1月27日

⑱ 発明者 塚田 哲代 隆 岐阜県大垣市河間町214番地 イビデン株式会社河間工場
内

⑲ 出願人 イビデン株式会社 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

⑳ 代理人 弁理士 森 国 雄

明細書

1. 発明の名称

炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法

2. 特許請求の範囲

平均粒径が1~100μmの炭化ケイ素粉末

を主体とする発発原料を成形してハニカム状成形体を得る第1工程:

前記ハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部を、平均粒径が3μm以下で、かつ、粒径1μm以下の粒子が少なくとも30重量%含まれている炭化ケイ素粉末を主体とする発発原料からなる栓材により封止する第2工程;

前記封止したハニカム状成形体を非酸化性
ガス中で焼結せしめる第3工程;

とかなることを特徴とする炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[発明の目的]

[産業上の利用分野]

本発明は炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの

製造方法に関し、並に詳しくは、微粒子の精練効率が極めて高く、耐熱性・耐酸化性にも優れた炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法に関するもの。

(従来の技術)

既に隔壁を介して性の異なる複数の貫通孔を有するハニカム状成形体の一方の端面を例えば壁面一つおきに栓材を充填して封止し、この封止した貫通孔に隔壁している貫通孔の他端面に栓材を充填して封止した多孔質隔壁からなるセラミック質のハニカム状フィルターは、自動車のディーゼルエンジンを始めとして各種燃焼機器の排ガス中に含まれる微粒子を捕集して浄化する排ガス浄化装置として知られている。

かかるハニカム状フィルターは、従来は一般にコーナーライト、アルミナ、シリカ、ムライトといったセラミック材により製造されていたが、これらの強化物は融点が1300~1600℃と比較的低いため、これらの物質よりなるハニカム状フィルターは、1000℃以上の高温条件下で使

用されると変形を生じたり、あるいは、ディーゼルエンジンの排ガス中に含まれる炭素微粒子がフィルター内で燃焼された場合に、熱伝導率が低い上記物質よりなるハニカム状フィルターは、フィルター内に周囲的に蓄熱が生じその部分が溶損してしまうという欠点がある。そこで、近時は、2300℃以上の高融点を有し熱的安定性に優れていた炭化ケイ素を主成分として製造したハニカム状フィルターが開発されている。

ところで、ハニカム状フィルターは、通常、いずれの場合であってもハニカム状成形体の貫通孔の端部隔壁に栓材が密着して目封止されていなければ、隔壁を通過しない排ガスがそのまま外部に漏出してしまうことになりフィルターとしての機能を損なうことになる。また、フィルター内は、上記したように極めて高温であるため、ハニカム状成形体のみでなく、当然、栓材も優れた耐熱性が要求される。

要する、炭化ケイ素を主成分としたハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部に栓材を密着させる方

と併いため、フィルター内がそれより高温になると溶融してしまい、栓材と隔壁との密着性が損なわれ、その結果フィルター全體としての耐熱性が劣ると共に、微粒子捕集効率が低下してしまうという問題がある。

第2の方法の場合には、粗大粒子を使っているため、焼成時のハニカム状成形体の収縮量よりも栓材の収縮量の方が大きくなり、貫通孔を構成している隔壁との間に隙間を生じ微粒子の捕集効率が劣ってしまうという問題がある。

第3の方法の場合には、多孔性の再結晶炭化珪素体を成形体の栓材として使用しているので、炭化の際に隔壁の一翼が融解化されてしまい多孔性が損なわれ、その結果フィルターとしての機能が低下してしまうという問題がある。

本発明は、上記した問題点を解消し、ハニカム状成形体の貫通孔の端部隔壁に栓材を密着させることにより微粒子の捕集効率が極めて高く、しかも耐熱性・耐酸化性にも優れた炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法を提供する

法としては次のような方法がある。

まず、第1の方法として、両者をガラスフリットのような低融点物質あるいは金属シリコン等を結合剤として用いて密着させる方法、第2の方法として、栓材を粗大粒の炭化ケイ素粉末と微細な炭化ケイ素粉末とを混合して成形した後、2000℃以上の高溫で焼成して製造する方法、あるいは、第3の方法として、特開昭48-39515号公報で開示されている「炭化珪素粉に炭素粉を加え又は加えずに炭素質バインダーを加えると共にこの炭素質及び焼成時に生成されるバインダーからの遊離度素と反応する環状素の炭素質粉を添加して形成し、しかる後この成形体の炭素粉中で1900~2400℃に加熱して成形体中の炭素分を融解化することを特徴とする均質多孔性再結晶炭化珪素の製造方法。」等が知られている。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、第1の方法の場合には、ガラスフリットや金属シリコンは融点が1400℃程度

ことを目的とする。

【発明の構成】

(課題を解決するための手段)

本発明者は、上記目的を達成するため継続研究を重ねた結果、ハニカム状成形体と栓材とを同時に焼成し、両者の焼成時における膨胀率あるいは収縮量に差を設けることによりきわめて緊密に両者を接合することができ、しかも耐熱性・耐酸化性に優れた炭化ケイ素質ハニカム状フィルターを得ることができることを見出し本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明の炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法は、平均粒径が1~200μの炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料を成形しハニカム状成形体を得る第1工程；前述ハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部を、平均粒径が5μ以下で、かつ、粒径1μ以下の方子が少なくとも30質量%含まれている炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料からなる栓材により目封止する第2工程；前述目封止したハニカム状成形

体を非酸化性雰囲気中で焼結せしめる第3工程：とからなることを特徴とする。

また、第1工程におけるハニカム状成形体の出発原料の平均粒径は1~200μmであることが必要である。これは、1μmより小さい場合には、高い強度の焼結体を得ることができるが、焼結の際ににおける粒成長が著しく、フィルターの目詰きを所定の値に制御することが困難であるからであり、200μmより大きい場合には、粒子相互の結合箇所が少なくハニカム状成形体の機械的強度が低くなるからである。また、焼結化ケイ素粉末には、平均粒径の±20%以内の粉末が80重量%以上存在するような粒度分布を有するものが有利である。

なお、焼結化ケイ素の結晶系に焼口型、戸型及び非晶質のものがあるが、そのいずれか、またはそれらの混合物のいずれを使用してもよい。なかでも、戸型のものは、微細末状で取得し易く、特に5μm以下のものを好適に取得することができ、しかも比較的低温で合成される低温安定型結晶で

焼結の際に焼結化ケイ素結晶内に固溶され易いので、これらの元素が多量に含まれている場合、フィルターを特に高温の酸素雰囲気中で使用するとSiCがSiO₂となり、さらにこのSiO₂と上記元素の酸素化合物とが抜け合って低融点ガラスを生じ、その結果フィルターの耐酸化性が低下するからである。

しかしながら、A₂, B, Fの各元素の含有量をハニカム状成形体よりも焼材の方が少なくなるようにすれば、上記影響作用と相まってハニカム状成形体の膨張量を焼材の膨張量よりもより抑えることができるか、あるいは、既に焼材の収縮量がハニカム状成形体の収縮量よりも小さくなるので、焼材をハニカム状成形体の貫通孔焼器に密着させることができる。

したがって、ハニカム状成形体中の不純物の含有率は、詳しくは、A₂が0.8重量%以下、Bが0.3重量%以下、Fが0.8重量%以下で、かつそれらの合計が1重量%以下、さらによくは、A₂が0.6重量%以下、Bが0.2

あり、焼結に際し、その一部が4H, 6Hあるいは1~8R型等の高温安定型のα型結晶に相転移して板状結晶を形成し易く、また結晶の成長性にも優れているから有利である。特に80重量%以上が月面酸化ケイ素からなる出発原料を用いることにより本発明の目的とする多孔質体を好適に製造することができる。なかでも、70重量%以上の月面酸化ケイ素を含む出発原料を使用することが特に有利である。

また、焼結化ケイ素を主体とする出発原料に含まれる不純物であるA₂元素、B元素及びF₂元素の含有率は、A₂元素、B元素及びF₂元素の含有率の合計が1重量%以下で、遊離炭素の含有率が5重量%以下であることが好ましい。その理由は、A₂, B, Fの各元素は成形体焼結時に、焼結化ケイ素中に含まれる皮膜、あるいは熱分解により分解して存在する炭素と反応すると成形体を収縮せしめる性質を有するので、あまり多量に含まれると焼結時に成形体が著しく収縮してしまうからである。また、A₂, B, Fの各元素は、

重量%以下、F₂が0.8重量%以下で、かつそれらの合計が1重量%以下で、また、遊離炭素の含有量は5重量%以下が好ましい。

そして、例えば、アルミニウム、ホウ素、鉄、炭素等の結晶成長抑制剤を必要により添加した後、メチルセルロース、ポリビニルアルコール、水ガラス等の成形用結合剤を追加し、押出し成形、シート成形、プレス成形等の方法によりハニカム状の成形体を得る。

次に第2工程において焼材を得るために出発原料として用いる焼結化ケイ素粉末の平均粒径は、5μm以下であることが好ましい。出発原料の平均粒径はそれが小さいほど焼結時の粒成長を促進せしめるから、出発原料たる焼結化ケイ素粉末の平均粒径をハニカム状成形体のそれよりも焼材の方を小さくすれば、焼結時に、焼材の膨張量をハニカム状成形体の膨張量よりもより大きくすることができます。あるいは、既にA₂, B, Fの各元素の作用と相まって焼材の収縮量をハニカム状成形体の収縮量よりも小さくすることができるから

である。

また、前記炭化ケイ素粉末には、1.5%以下の粒子が少なくとも30重量%以上含まれていることが好ましい。その理由は、焼結時に成形体を膨張させるには結晶の粗大化が不可欠であるが、結晶の粗大化は、結晶の一端の粒子が粗大化する結晶の核となり、その周囲の微細粒子を吸収して生じるものであるからである。したがって、微細粒子が少ないと結晶の成長度が少なくてなるので、少なくとも30重量%以上、さらには50重量%以上含まれていることが好ましい。

さらに、不純物の各組成は、A及ぶ0.8重量%以下、Bが0.3重量%以下、Fは0.8重量%以下、かつ、それらの含有率の合計が1重量%以下で、さらに上記ハニカム状成形体に含有されるこれらの元素よりも少ないことが好ましく、A及ぶ0.3~0.8重量%、Bは0.05~0.3重量%、Fは0.4~0.8重量%の範囲の量を有していることがより好ましい。また粒度分布の含有率は5重量%以下であることが好ましい。

化ケイ素の占める割合を大きくすることが好ましい。

次に、第3工程として、かくして栓材により封止されたハニカム状の生成形体を耐熱性の容器に入れて非酸化性雰囲気中で焼結する。

耐熱性の容器に入れて非酸化性雰囲気中で焼結するのは、炭化ケイ素粒子間ににおける炭化ケイ素の蒸発-再凝縮および/または表面拡散による移動を促進させることができ、その結果、炭化ケイ素粒子の成長が促進されるからである。

生成形体を焼結するための耐熱性容器としては、黒鉛、炭化ケイ素、炭化ジルコニアム、炭化タンダステン、炭化チタン、炭化マグネシウム、炭化モリブデン、セリウム、炭化タンタル、タンタル、炭化ジルコニアム、黒鉛-炭化ケイ素複合体の中から選ばれるいずれか1種からなる容器を使用することができる。これらの容器は前述する焼結温度範囲内で培養することができなく、また、炭化ケイ素粒子の蒸気および/または分解生成物の系外への漏出を抑制できるからである。

しい。上記した如く、このような組成とすることにより焼結時にかかる栓材の膨張量をハニカム状成形体の膨張量よりも大きくできるか、栓材の膨張量をハニカム状成形体の収縮量よりも小さくすることができるからである。

なお、この場合にA型炭化ケイ素からなる出発原料を用いることが好ましいことは上記ハニカム状成形体と同様である。

そして、この栓材を上記ハニカム状成形体の所定の貫通孔の端部に、ハニカム状成形体の端部を前記栓材の組成を有するスラリー中に浸漬せたり、前記栓材を可塑性を有するシート状に加工した後正入するなどして埋め込み。

なお、上記したハニカム状成形体と栓材は、この使用で炭化ケイ素成分が両者とも、少なくとも4.0重量%以上占めていることが好ましい。その理由は、4.0重量%より小さいと強度的に優れたハニカム状フィルターを得ることが困難になるからである。ハニカム状成形体と栓材とを十分に密着させるためにハニカム状成形体よりも栓材の炭

化ケイ素の占める割合を大きくすることが好ましい。焼結温度は2000~2500℃とすることが好ましい。その理由は、2000℃で焼結の場合には、粒子の成長が不十分で焼結が不完全となり、而換算の結果を得ることが困難になるためである。一方、2500℃を越えると、炭化ケイ素の結晶構造分解が盛んになり、発達した結晶が逆にやせ細ってしまい、高強度の構造体を得ることが困難であるからである。なかでも、2050~2300℃での焼結がより好ましい。

(実施例)

実施例1

ハニカム状成形体の出発原料として使用した炭化ケイ素粉末は、9.8重量%がA型結晶からなる炭化ケイ素であり、平均粒径が2.5μで、かつ、平均粒径の±20%以内の炭化ケイ素粉末が約70重量%存在しており、炭酸カルシウムが0.30重量%、鉄が0.03重量%、アルミニウムが0.04重量%、ホウ素が0.01重量%含まれている。この原料100重量部に対し、メチルセ

ルロース10重量部、水15重量部を配合し、ニーグー中で2時間現合した。この混合物を過量抜取し、ハニカムダイスによる押出成形法により $150 \times 1.6 \times 1.8$ の正方形で、隔壁の壁厚が0.5mmのハニカム状成形体を得た。なおこのハニカム状成形体用の炭化ケイ素の占める割合は55重量%であった。

一方、栓材は、出発原料として97重量%がU型結晶からなる炭化ケイ素粉末で、平均粒径が0.25mm、1μm以下の粒子の含有量が95重量%、逆離炭素が0.28重量%、鉄が0.04重量%、アルミニウムが0.03重量%、ホウ素が0.01重量%である炭化ケイ素粉末100重量部にメチルセルロース5重量部、水20重量部を配合し、ニーグーで2-6時間現合した。この混合物を 1×150 の押出ダイスにより平板を得て、これを前記ハニカム状成形体の端面の所定の場所に埋め込んで、貫通孔の一端を封止した。なおこの栓材用の成形体の炭化ケイ素の占める割合は58重量%であった。

れた気密性を有していた。

実施例2

ハニカム状成形体の出発原料として、94重量%がU型結晶からなる炭化ケイ素であり、平均粒径が0.5mmで、かつ、平均粒径の±20%以内の炭化ケイ素粉末が約70重量%存在しており、逆離炭素が0.28重量%、鉄が0.04重量%、アルミニウムが0.03重量%、ホウ素が微量含まれている炭化ケイ素粉末を実施例1と同様にハニカムダイスによって押出し、実施例1と同じ形狀を有するハニカム状成形体を得た。なおこのハニカム状成形体用の炭化ケイ素の占める割合は58重量%であった。

一方、栓材は、出発原料として98重量%がU型結晶からなる炭化ケイ素であり、平均粒径0.25mm、1μm以下の粒子の含有量が93重量%、逆離炭素が0.28重量%、鉄が0.04重量%、アルミニウムが0.03重量%、ホウ素が0.01重量%である炭化ケイ素粉末100重量部にメチルセルロース5重量部、水20重量部を

この生成形体を開始型ルツボに盛り入し、タンマン型焼成炉を使用して、1気圧の主としてアルゴンガス雰囲気中で焼成した。

昇温過程は、昇温速度400°C/時間で1700°Cまで昇温し、次いで昇温速度30°C/時間で最高温度2250°Cまで昇温し最高温度で4時間保持した。

得られたハニカム状フィルターには、アルミニウムが0.03重量%、鉄が0.03重量%、ホウ素が0.001重量%以下含有されており、また逆離炭素は0.40重量%であった。

このハニカム状フィルターを1400°C、空気量52ml/sの酸化炉で加熱したところ、その100時間後の酸化增量は4.0%であり、外観に変化はなく、すぐれた耐酸化性を有していた。

また、前記封止された端面を水中にて空気で加压したところ、ハニカム状成形体の隔壁の透気が0.3気圧より起るものに対し、隔壁と栓材との接合部からのリークは0.60気圧から生じ、すぐ

現合し、ニーグーで2-6時間現合した。この混合物を 1×150 の押出ダイスにより平板を得て、これを前記ハニカム状の生成形体の端面の所定の場所に埋め込んで、貫通孔の一端を封止した。なおこの栓材用の成形体の炭化ケイ素の占める割合は58重量%であった。

しかる後、これを開始型ルツボに盛り入し、タンマン型焼成炉を使用して1気圧の主としてアルゴンガス雰囲気中で焼成した。

昇温過程は、昇温速度400°C/時間で1700°Cまで昇温し、次いで昇温速度30°C/時間で最高温度2250°Cまで昇温し最高温度で4時間保持した。

実施例1と同様にこのハニカム状フィルターを評価したところ、耐酸化性は4.2%で、隔壁の透気が0.35気圧に対し接合部のリークは0.60気圧であった。

実施例3～5、比較例1～5

実施例2と同様であるが、栓材の出発原料として平均粒径が0.32mmで、1μm以下の粒子

の含有量を 6.0 質量% とし、さらに性材の炭化ケイ素含有率が 5.7 質量% で、アルミニウム、鉄、ホウ素が既に示した如き含有率である炭化ケイ素粉末を使用した場合（実施例 3）、ハニカム状成形体の出発原料として平均粒径 8.6 μm のものを使用し、成形体の炭化ケイ素含有率を 4.6 質量% とした場合（実施例 4）、ハニカム状成形体および性材の出発原料として、アルミニウム、鉄、ホウ素が既に示した如き含有率である炭化ケイ素粉末を使用した場合（実施例 5）。実施例 3 と同様であるが、性材の出発原料として平均粒径が 4.3 μm で、1 μm 以下の粒子の含有量が 1.2 質量%、炭化ケイ素含有率、アルミニウム、鉄、ホウ素、遷移金属の含有率がそれぞれ既に示した如くの値である炭化ケイ素粉末を使用した場合（比較例 1）、ハニカム状成形体の出発原料として、成形体の炭化ケイ素含有率を更に少なくした場合（比較例 2）、丸鍛加圧を 1600 t とした場合（比較例 3）、焼結温度を 2350 ℃ とした場合（比較例 4）、実施例 5 のハニカム状成形体

および性材の出発原料を、ハニカム状成形体に使用した試料を性材の出発原料として、性材に使用した原料をハニカム状成形体の出発原料として取り替えて使用した場合（比較例 5）のハニカム状フィルターの特性を既にまとめて示した。

表

序号	ハニカム状成形体							性材							
	平均粒径 μm	直径 %	直角 %	直角 %	直角 %	直角 %	直角 %	平均粒径 μm	直角 %	直角 %	直角 %	直角 %	直角 %	直角 %	
		アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	アルミニウム含有率	
実施例 1	28	65	0.04	0.03	0.01	0.08	0.30	0.25	86	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28
実施例 2	8.5	68	0.03	0.04	0.001 以下	0.07	0.20	0.28	88	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28
実施例 3	8.5	68	0.03	0.04	0.001 以下	0.07	0.28	0.22	80	57	0.04	0.05	0.01	0.10	0.22
実施例 4	8.0	48	0.03	0.03	0.001 以下	0.06	0.20	0.25	98	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28
実施例 5	4.8	57	0.00	0.20	0.10	0.00	0.22	0.20	95	57	0.20	0.10	0.05	0.35	0.25
比較例 1	8.5	68	0.00	0.04	0.001 以下	0.07	0.20	1.00	12	58	0.03	0.05	0.02	0.10	0.28
比較例 2	8.4	36	0.03	0.03	0.001 以下	0.08	0.20	0.25	95	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28
比較例 3	8.0	58	0.03	0.04	0.001 以下	0.07	0.28	0.25	86	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28
比較例 4	8.5	58	0.03	0.04	0.001 以下	0.07	0.29	0.28	98	58	0.03	0.04	0.01	0.08	0.28
比較例 5	0.20	67	0.20	0.10	0.06	0.36	0.25	0.00	12	57	0.80	0.20	0.10	0.80	0.22

表(つづき)

成形条件	成形時間	ハニカム状フィルター										耐候性試験結果 の強度力(水)	(kgf/cm ²)
		アルミニウム粉	アルミニウム粉 の粒度	アルミニウム の含有量	ホウ酸の含有量	アセチルセルローズ とホウ酸の 含有量	強度	強度	1400°C における 強度	外観変化	ハニカム状 フィルター の強度力(水)		
	時間	%	%	%	%	%	%	%	kgf/cm ²		atm	atm	
実施例1	風乾	2250	0.05	0.03	0.001 以下	0.05	0.40	4.0	変化無	0.30	0.30		
実施例2	風乾	2250	0.03	0.02	0.001 以下	0.05	0.40	4.2	変化無	0.35	0.35		
実施例3	風乾	2250	0.05	0.04	0.01	0.05	0.41	4.0	変化無	0.35	0.35		
実施例4	風乾	2250	0.03	0.04	0.001 以下	0.07	0.28	4.7	変化無	0.25	0.35		
実施例5	風乾	2250	0.48	0.16	0.08	0.71	0.20	5.0	変化無	0.70	0.85		
比較例1	風乾	2250	0.05	0.01	0.01	0.05	0.22	2.8	変化無	0.35	0.30		
比較例2	風乾	2250	0.00	0.03	0.001 以下	0.05	0.25	4.2	粒子 脱落 現象	0.10 (落下) 0.20	—		
比較例3	風乾	1800	0.05	0.04	0.01	0.05	0.20	10.0	双層	1.20	1.10		
比較例4	風乾	2250	0.001 以下	0.001 以下	0.001 以下	0.001 以下	12.5	一時12.5%強 度の後5.0%	粒子 脱落 現象	0.10 (脱落) —	—		
比較例5	風乾	2250	0.48	0.12	0.08	0.58	0.21	5.0	変化無	0.65	0.65		

次より明らかのように、本発明のハニカム状フィルターは、耐酸化性に優れるとともに、クラックを生じるなどの外観変化がなく、気密性に優れていた。

[発明の効果]

本発明のハニカム状フィルターは、ハニカム状成形体と性材とあわせて焼結時の強度または吸湿性が異なるため、性材をハニカム状成形体の貫通孔の隔壁に密着させることができ、優れた気密性を有している。したがって、隔壁を通過しない排ガス等の放出物がそのまま外気に放出することなく粒子の捕集効率が極めて高い。

また、不純物の含有量が少ないため耐酸化性にも優れ、しかも結合剤を用いることなく肉瘤を接着させてるので耐熱性にも優れている。

特開平1-194916

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第1区分

【発行日】平成7年(1995)12月19日

【公開番号】特開平1-194916

【公開日】平成1年(1989)8月4日

【年譜号数】公開特許公報1-1950

【出願番号】特願昭63-14851

【国際特許分類第6版】

B01D 39/20 D 9263-4D

C04B 38/00 303 Z 7351-4G

F01N 3/02

手続補正書

平成7年1月30日

特許庁長官 高見 幸取

1. 事件の要旨

昭和63年特許出願第14851号

2. 要因の内容

炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの
製造方法

3. 補正をする権

事件そのの権利人 特許出願人

名称 イビデン株式会社

4. 代理人

住所 〒106 東京都港区虎ノ門1丁目23番1号
TEL(03)5585-7812

氏名 伊藤 勝 TEL(03)5585-7812

5. 補正命令の交付

日 期

6. 補正により増加する請求項の数

1

7. 補正の対象

別表の特許出願の範囲の範

8. 補正の内容

別表のとおり

要點

特許請求の範囲

(1) 平均粒径が1~200μmの炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料を焼形しハニカム状成形体を得る第1工程。

前記ハニカム状成形体の周辺の実孔部を、平均粒径が5μm以下で、かつ、粒径1μm以下の粒子が少なくとも30重量%含まれている炭化ケイ素粉末を主体とする出発原料からなる粒材により封止する第2工程。

前記封止したハニカム状成形体を非還元性雰囲気中で焼結せしめら第3工程。

とかなることを特徴とする炭化ケイ素質ハニカム状フィルターの製造方法。

(2) 前記のハニカム状成形体及び封止中に炭化ケイ素が少なくとも40重量%含まれてあり、更に前記の粒径が2000~2500μmの範囲で行われる焼成工程上に記載の方法。